TWO-PACKAGE WATER-BASED COATING COMPOSITION HAVING VISUALIZED POT LIFE

Patent number:

JP11140380

Publication date:

1999-05-25

Inventor:

NOMURA MINEYUKI: HARAKAWA

HIROMI; NAGASHIMA SEIJI

Applicant:

KANSAI PAINT CO LTD

Classification:

- international:

C09D175/04

- european:

Application number: JP19970307746 19971111

Priority number(s):

Abstract of **JP11140380**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a two-package water-based coating composition having a visualized pot life, used for cold setting and forming a coating film excellent in weathering resistance, durability, adhesion and staining resistance without detriment to crosslinkability.

SOLUTION: This composition is prepared by mixing, just prior to use, a base coating material (I) containing at least 10 wt.% (in terms of the solids content based on the vehicle) water-dispersed copolymer containing isocyanate- reactive functional groups and at least 0.2 wt.% (in terms of the solids content based on the vehicle) water-soluble polymer having isocyanate reactive functional groups with a crosslinking agent (II) containing at least two isocyanate groups in the molecule and used in such an amount that 0.2-3.0 mol of the isocyanate groups contained in II are present per mol of the isocyanate groups contained in I.

Data supplied from the esp@cenet database - Patent Abstracts of Japan ·

			· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
			Ý
			·
		• •	
	·		
•			

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-140380

(43)公開日 平成11年(1999)5月25日

(51) Int.Cl.6

C 0 9 D 175/04

識別記号

FΙ

C 0 9 D 175/04

// C 0 8 G 18/02 C 0 8 G 18/02

Z

• •

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全 8 頁)

(21)出願番号

特願平9-307746

(71)出願人 000001409

関西ペイント株式会社

(22)出願日

平成9年(1997)11月11日

兵庫県尼崎市神崎町33番1号 (72)発明者 埜村 峰之

神奈川県平塚市東八幡 4丁目17番1号 関

西ペイント株式会社内

(72)発明者 原川 浩美

神奈川県平塚市東八幡 4丁目17番1号 関

西ペイント株式会社内

(72)発明者 長島 清二

神奈川県平塚市東八幡 4丁目17番1号 関

西ペイント株式会社内

(54) 【発明の名称】 ポットライフを可視化した2液型水性塗料組成物

(57)【要約】

【課題】 ポットライフを可視化した2液型水性塗料組成物を提供すること。

【解決手段】 イソシアネート反応性官能基を含有する水分散型共重合体(A)をビヒクル成分中に固形分で10重量%以上含有し、イソシアネート反応性官能基を含有する水溶性高分子(B)をビヒクル成分中に固形分で0.2重量%以上含有するベース塗料(I)に、1分子中に少なくとも2個以上のイソシアネート基を含有する化合物を含む架橋剤(II)を、該ベース塗料(I)中に含まれるイソシアネート反応性官能基1モルに対して架橋剤(II)中に含まれるイソシアネート基が0.2~3.0モルの範囲内となるように使用直前に混合することを特徴とする、ポットライフを可視化した2液型水性塗料組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 イソシアネート反応性官能基を含有する水分散型共重合体(A)をビヒクル成分中に固形分で10重量%以上含有し、イソシアネート反応性官能基を含有する水溶性高分子(B)をビヒクル成分中に固形分で0.2重量%以上含有するベース塗料(I)に、1分子中に少なくとも2個以上のイソシアネート基を含有する化合物を含む架橋剤(II)を、該ベース塗料(I)中に含まれるイソシアネート反応性官能基1モルに対して架橋剤(II)中に含まれるイソシアネート基が0.2~3.0モルの範囲内となるように使用直前に混合することを特徴とする、ポットライフを可視化した2液型水性塗料組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、2液型水性塗料組成物に関し、詳しくは、架橋性を低下させることなく、耐候性、耐久性、付着性、耐汚染性に優れる塗膜を形成することができる常温乾燥用のポットライフを可視化した2液型水性塗料組成物に関する。本発明の組成物は、建築内外装、橋梁、船舶、自動車、車両などの塗装に適用可能である。

[0002]

【従来技術及びその課題】本出願人は、2液型のイソシアネート硬化塗料として特定のアクリル共重合体エマルションと可塑剤及び/又は有機溶剤を含むベース塗料を適用することで、特に低温及び多湿の環境下での架橋性を低下させることなく、耐汚染性、耐久性、耐水性等に優れた常温乾燥可能な水性塗料が得られることを見出した(特願平8-195836)。

【0003】一般に、溶剤系の2液型のイソシアネート 硬化塗料ではポットライフ (可使時間) を過ぎると塗料 がゲル化するため塗装されることはなかった。しかしな がら、前記2液型イソシアネート硬化水性塗料ではポットライフを過ぎても塗料がゲル化しないため、ポットライフを過ぎた塗料が誤って塗装された場合、塗膜の性能 が低下するという問題点があった。

[0004]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記問題を解決すべく鋭意検討した結果、ベース塗料用樹脂にイソシアネート反応性官能基を含有する水分散型共重合体とイソシアネート反応性官能基を含有する水溶性高分子を併用することにより、ポットライフを過ぎた塗料をゲル化させることが可能であることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0005】即ち本発明は、イソシアネート反応性官能基を含有する水分散型共重合体(A)をビヒクル成分中に固形分で10重量%以上含有し、イソシアネート反応性官能基を含有する水溶性高分子(B)をビヒクル成分中に固形分で0.2重量%以上含有するベース塗料

(I)に、1分子中に少なくとも2個以上のイソシアネート基を含有する化合物を含む架橋剤(II)を、該ベース塗料(I)中に含まれるイソシアネート反応性官能基1モルに対して架橋剤(II)中に含まれるイソシアネート基が0.2~3.0モルの範囲内となるように使用直前に混合することを特徴とする、ポットライフを可視化した2液型水性塗料組成物を提供するものである。

【0006】 【発明の実施の形態】以下、本発明の2液型水性塗料組

成物についてさらに詳細に説明する。

【0007】ベース塗料(I):本発明に用いるベース 塗料(I)は、イソシアネート反応性官能基を含有する 水分散型共重合体(A)とイソシアネート反応性官能基 を含有する水溶性高分子(B)を必須ビヒクル成分とし て含有するベース塗料である。

【0008】イソシアネート反応性官能基を含有する水 分散型共重合体(A): 本発明においてベース塗料

(1) に用いられる水分散型共重合体(A) は、好ましくは酸価5~200mgKOH/g、好ましくは水酸基価5~150mgKOH/g、好ましくはガラス転移温度-10~80℃、好ましくは重量平均分子量1,000~400,000のアクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、シリコン樹脂、フッ素樹脂などのポリオール樹脂であり、好ましくは、水酸基含有モノマー及びこれと共重合可能な他の不飽和モノマーを含むモノマー混合物を乳化剤の存在下で乳化重合させることにより得られるアクリルエマルジョンである。

【0009】該共重合体(A)の水酸基価が5mgKOH/g未満では架橋点が乏しく途膜物性が不十分となり、一方150mgKOH/gを越えると初期耐水性が低下し、さらに逸料粘度が高くなるため塗装作業性も低下するので好ましくない。該共重合体(A)の酸価が200mgKOH/gを越えると塗膜の耐水性が低下するので好ましくない。該共重合体(A)のガラス転移温度が-10℃未満では形成膜の耐水性、耐汚染性に劣り、一方80℃を越えると造膜のための可塑剤や有機溶剤を過剰量必要とするため初期乾燥性が悪くなり形成膜にも経時でワレなどが発生しやすくなるので好ましくない。

【0010】また該共重合体(A)の重量平均分子量が 1,000未満では形成膜の耐候性、耐水性に劣り、一 方400,000を越えると他の塗料成分との相溶性に 劣り造膜性、硬化性が低下するので好ましくない。

【0011】該共重合体(A)に用いられる水酸基含有 モノマーとしては、例えば2ーヒドロキシエチル(メ タ)アクリレート、2ーヒドロキシプロピル(メタ)ア クリレートなどのアクリル酸又はメタクリル酸の炭素数 1~6のヒドロキシアルキルエステル;ヒドロキシエチ ルビニルエーテルなどのヒドロキシアルキルビニルエー テル類;エチレングリコールなどのグリコール(炭素数 2~20)やポリエチレングリコールなどのポリエーテ ルポリオールと (メタ) アクリル酸などの不飽和カルボン酸との等モル付加物;ポリエチレングリコールなどのポリエーテルポリオールと2ーヒドロキシエチル (メタ) アクリレートなどの水酸基含有モノマーとのモノエーテルなどが挙げられ、これらは1種又は2種以上適宜選択して使用できる。

【0012】該共重合体(A)に用いられる他の不飽和 モノマーとしては、例えばメチル (メタ) アクリレー ト、エチル (メタ) アクリレート、n-ブチル (メタ) アクリレート、i-ブチル (メタ) アクリレート、t-ブチル (メタ) アクリレート、2-エチルヘキシル (メ タ) アクリレート、ラウリル (メタ) アクリレート、イ ソボルニル (メタ) アクリレート等のアクリル酸又はメ タクリル酸の炭素数1~24のアルキルエステル又はシ クロアルキルエステル; (メタ) アクリル酸などの不飽 和カルボン酸、スルホエチル (メタ) アクリレート及び そのナトリウム塩もしくはアンモニウム塩;ジメチルア ミノエチル (メタ) アクリレート、 (メタ) アクリルア ミド:スチレン、αーメチルスチレン、ビニルトルエン 等のビニル芳香族化合物;酢酸ビニル、塩化ビニル、ビ ニルエーテル、 (メタ) アクリロニトリル; ビニルトリ メトキシシラン、ャー(メタ)アクリロイルオキシプロ ピルトリメトキシシラン等のアルコキシシリル基含有モ ノマー:パーフルオロブチルエチル(メタ)アクリレー ト、パーフルオロオクチルエチル (メタ) アクリレート 等のパーフルオロアルキル (メタ) アクリレート;フル オロオレフィンなどが挙げられ、これらは1種又は2種 以上適宜選択して使用できる。

【0013】本発明において上記水分散型共重合体

(A) は、ベース塗料(I)のビヒクル成分中に固形分で10重量%以上、好ましくは50重量%以上、さらに好ましくは80重量%以上含有される。該含有量が10重量%未満では、耐水性や耐久性などの塗膜性能が十分得られないので好ましくない。

【0014】イソシアネート反応性官能基を含有する水溶性高分子(B):本発明においてベース塗料(I)に用いられるイソシアネート反応性官能基を含有する水溶性高分子(B)は、イソシアネート反応性官能基を含有する水溶性高分子であれば特に制限なく使用可能であるが、好ましくは酸価5~200mgKOH/g、好ましくは水酸基価5~150mgKOH/g、好ましくはガラス転移温度−10~80℃、好ましくは重量平均分子量1,000~400,000の水溶性アクリル樹脂、水溶性ポリエステル樹脂、水溶性ポリウレタン樹脂等が用いられる。

【0015】本発明において上記イソシアネート反応性 官能基を含有する水溶性高分子(B)は、ベース塗料 (I)のビヒクル成分中に固形分で0.2重量%以上含 有される。該含有量が0.2重量%未満では、塗料のゲ ル化が生じないので好ましくない。 【0016】また、該水溶性高分子(B)の前記水分散型共重合体(A)に対する配合量が少なすぎると塗料のゲル化が起きず、また多すぎるとゲル化時間が早くなってポットライフが短くなるため、該水溶性高分子(B)と前記水分散型共重合体(A)の配合比は固形分比で1:99~30:70の範囲内程度が好ましい。

【0017】上記ベース塗料(I)は、さらに必要に応じて着色顔料や体質顔料などの顔料類;顔料分散剤、造膜助剤、硬化触媒、消泡剤、増粘剤、防腐剤、凍結防止剤などの塗料用添加剤を含有してもよい。

【0018】このうち硬化触媒としては、特に制限なく 従来公知のものが使用でき、例えばトリエチルアミン、 トリプロピルアミン、トリブチルアミン、ジエタノール アミン、トリエタノールアミンなどのアミン触媒;ジブ チル錫ジラウレート、ジブチル錫オキサイド、オクチル 酸錫、ナフテン酸鉛、ナフテン酸コバルトなどが使用で き、また消泡剤としては、例えばポリエーテル系、ポリ シロキサンとポリエーテルの共重合系、ポリシロキサン とケイ酸の縮合物系、金属石鹸系などが使用できる。

【0019】架橋剤(II):本発明において架橋剤 (II)は、1分子中少なくとも2個以上のイソシアネ ート基を含有する化合物を含むものであり、このままで 或いは界面活性剤と共に使用して上記ベース塗料(I) に添加し攪拌混合することができるものであればよく、 さらに水分散性の点からは該ポリイソシアネート化合物 を界面活性剤などにより変性して使用することが好適で ある。かかる変性物としては、親水性鎖を導入してなる ものであれば特に制限なく使用でき、例えば、特公昭5 5-7472号公報に記載の方法に従った、アルコキシ ポリアルキレングリコールとポリイソシアネート化合物 との反応生成物(i)、特開平7-10950号公報に 記載の方法に従った、ポリイソシアネート化合物にアル コキシポリアルキレングリコールとジアルカノールアミ ンとを反応させることにより得られる乳化剤と、ポリイ ソシアネート化合物との混合物(ii)、特願平8-1 95836号に記載の方法に従った、上記(i)又は

(ii)と片末端に水酸基又はアミノ基をもう片末端にアルコキシシリル基を有するシランカップリング剤との反応生成物又は混合物(iii)などが挙げられる。

【0020】該ポリイソシアネート化合物としては、例えばテトラメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネートなどの脂肪族ジイソシアネート;4・4~-メチレンビス(シクロヘキシルイソシアネート)、イソホロンジイソシアネートなどの脂環族ジイソシアネート;キシリレンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、ポリフェニルメタンジイソシアネート(以下ポリメリックMDI)などの芳香族ジイソシアネート;及びこれらのイソシアヌレート体やビュウレット

体等の類似の化合物が挙げられ、これらは1種又は2種 以上混合して使用できる。

【0021】上記ポリイソシアネート化合物とアルコキ シポリアルキレングリコールとの反応生成物(i)は、 残存イソシアネート含量が20~30重量%となるよう に反応せしめてなる水分散可能なポリイソシアネートで あり、具体的には、上記ポリインシアネート化合物とア ルコキシポリアルキレングリコールとを、イソシアネー ト基/水酸基の当量比が3~30好ましくは10~25 程度となるよう反応させるのが適当である。該アルコキ シポリアルキレングリコールとしては、一般式Rı〇-(R2O) n-H (ここでR1はアルキル基、R2はアルキ レン基、nは2~100)で示されるものであり、例え ばメトキシポリメチレンエーテルグリコール、メトキシ ポリエチレンエーテルグリコール、エトキシポリエチレ ンエーテルグリコール、エトキシポリブチレンエーテル グリコールなどが挙げられ、分子量が100~4,00 0、好ましくは400~2,000の範囲を有するもの が使用できる。

【0022】次いで上記ポリイソシアネート化合物にアルコキシポリアルキレングリコールとジアルカノールアミンとを反応させることにより得られる乳化剤と、ポリイソシアネート化合物との混合物(ii)は、水分散可能なポリイソシアネート組成物であり、該乳化剤とポリイソシアネート化合物とをイソシアネート含量が3~50重量%、好ましくは5~30重量%となるように混合したものが適当であり、これらは一部反応させておいてもよい。

【0023】該乳化剤は、ポリイソシアネート化合物とアルコキシポリアルキレングリコールとをイソシアネート基/水酸基の当量比が3~30、好ましくは10~25程度となるよう反応させた後、未反応のポリイソシアネート化合物を除去し、次いでジアルカノールアミンをイソシアネート基/アミノ基の当量比が0.5~2、好ましくは0.8~1.2程度となるよう反応させることにより得られる。該乳化剤の製造に用いられるアルコキシポリアルキレングリコールは、上記(i)と同様のが使用でき、該ジアルカノールアミンとしては、例えばジメタノールアミン、ジエタノールアミン、ジイソプロパノールアミン、ジエタノールアニリン等が使用できる.

【0024】次いで上記反応生成物(i)又は混合物(ii)のポリイソシアネートと片末端に水酸基又はアミノ基をもう片末端にアルコキシシリル基を有するシランカップリング剤との反応生成物(iii)は、上記(i)又は(ii)の水分散可能に親水化されたポリイソシアネートのイソシアネート基にシランカップリング剤の水酸基又はアミノ基をイソシアネート基/水酸基又はアミノ基の当量比が3~30で反応させることにより、残存イソシアネート含量が3~50重量%、好まし

くは5~30重量%の反応生成物又は混合物を得ることができる。該含量が3重量%未満では、得られる塗膜の耐水性に劣り、一方50重量%を越えると架橋剤の水分散性が悪くなるので望ましくない。

【0025】上記反応生成物(i i i)の製造に用いられるシランカップリング剤としては、例えばN-β- (アミノエチル)ーγ-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-β- (アミノエチル)ーγ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、γ-アミノプロピルトリエトキシシラン、N-フェニルーγ-アミノプロピルトリメトキシシラン、γ-メルカプトプロピルトリメトキシシランなどが挙げられる。また上記反応生成物(i i i)の製造に用いられるアルコキシポリアルキレングリコールは、上記(i)と同様のものが使用できる。

【0026】上記(i)~(i i i)のうち架橋剤(I I)としては、特に水分散時の安定性の面から親水性と 疎水性のバランスのとれた(i i i)が好適である。

【0027】本発明の2液型水性塗料組成物は、上記ベース塗料 (I) 及び架橋剤 (II) からなり、ベース塗料 (I) 中に含まれるイソシアネート反応性官能基1モルに対して架橋剤 (II) 中に含まれるイソシアネート基が0.2~3.0モル、好ましくは0.5~2.5モルとなるように使用直前に混合して使用に供する。

【0028】本発明の2液型水性塗料組成物は、スプレー塗装、ローラー塗装、刷毛塗り、浸漬など従来公知の方法で各種素材に塗装できる。塗布量は、特に制限はないが、一般には約50~400g/m²程度が適当である。

[0029]

【発明の効果】本発明のポットライフを可視化した2液型水性塗料組成物を用いた場合には、ポットライフを過ぎると塗料がゲル化するため、誤って塗装されることはない。

[0030]

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明をさらに詳細に 説明する。尚、「部」及び「%」はそれぞれ「重量部」 及び「重量%」を示す。

【0031】アクリル共重合体水分散液の製造例 製造例1

攪拌機、温度計、還流管、窒素導入管を備えた容量2リットルの4つロフラスコに脱イオン水309部、Newco1707SF(日本乳化剤社製、アニオン界面活性剤、不揮発分30%)1.1部を加え窒素置換後攪拌しながら85℃に保った。この中に下記組成をエマルジョン化してなるプレエマルジョンのうち21部及び過硫酸アンモニウム0.32部を添加し、添加20分後から残りのプレエマルジョンを4時間かけて滴下した。

[0032]

脱イオン水

325 部

Newcol707SF

43.3部

メチルメタクリレート 45.5部 スチレン 1 3 0 部 nーブチルメタクリレート 201.5部 2-エチルヘキシルメタクリレート 201.5部 2-ヒドロキシエチルメタクリレート 6 5 部 アクリル酸 6.5部 過硫酸アンモニウム 1. 3部 滴下終了時から2時間85℃に保持した後、40℃に降 温した。アンモニア水でpH8.5に調整し、固形分5 0%、樹脂水酸基価42mgKOH/g、重量平均分子

量150,000のアクリル共重合体水分散液 (a) を 得た。

【0033】アクリル共重合体水溶液の製造例 製造例2

攪拌機、温度計、還流管、窒素導入管を備えた容量2リットルの4つロフラスコにエチレングリコールモノブチルエーテル368.6部を加え、窒素置換後攪拌しなが685℃に保った。この中に下記混合物を4時間かけて滴下した。

[0034]

スチレン130部nープチルメタクリレート195部2ーエチルヘキシルメタクリレート130部4ーヒドロキシブチルアクリレート97.5部アクリル酸97.5部2,2 ーアゾビス(2,4ージメチルバレロニトリル)

19.5部

滴下終了時から1時間85℃に保持した後、下記混合物を1時間かけて滴下した。

[0035]

エチレングリコールモノブチルエーテル

65 部 6.5部

2, 2´ーアゾピス (2, 4ージメチルバレロニトリル) 滴下終了時から1時間85℃に保持した後、40℃に降 攪拌機、温度計、還流 温した。アンモニア水及び脱イオン水875.3部を加 ラスコに、数平均分子

温した。アンモニア水及び脱イオン水 8 7 5. 3部を加えて水に溶解して p H 8. 5に調整し、固形分 3 5 %、樹脂水酸基価 5 8 m g K O H / g、重量平均分子量 4 0, 0 0 0 0 のアクリル共重合体水溶液(b)を得た。 【0 0 3 6】ポリエステル樹脂水溶液の製造例

【0036】ポリエステル樹脂水溶液の製造例 製造例3

攪拌機、温度計、還流管、窒素導入管、精留塔、水分離 器を備えた反応容器にネオペンチルグリコール426 部、トリメチロールプロパン184.4部、アジピン酸 316部及びイソフタル酸448.8部を仕込み、ま ず、精留塔を使用して160℃まで昇温して、160℃ から230℃になるまで3時間かけて一定に昇温した。 230℃でそのまま1時間保った後に水分離器に切り替 え、適当量のトルエンを加え、230℃に保ったままト ルエン還流下で水を分離しながら反応を行ない、樹脂酸 価が8になったところで速やかにトルエンを窒素を通じ て留去した。その後170℃に冷却し、無水トリメリッ ト酸36.8部を加えて30分間反応させ、130℃ま で冷却しエチレングリコールモノブチルエーテル49 4. 8部で希釈し、50℃まで冷却した後トリエチルア ミン55.6部及び脱イオン水1,746.4部を加え て水に溶解し、pH8.0、固形分35%、樹脂酸価2 5mgKOH/g、樹脂水酸基価110mgKOH/ g、重量平均分子量10,000のポリエステル樹脂水 溶液(c)を得た。

【0037】架橋剤の作成 作成例 攪拌機、温度計、還流管、窒素導入管を備えた4つロフラスコに、数平均分子量550のメトキシポリエチレンエーテルグリコール225部と1,6ーヘキサメチレンジイソシアネート871部を入れ、窒素置換後70℃で6時間反応させた。得られた反応液を薄膜蒸留装置にかけ、未反応の1,6ーヘキサメチレンジイソシアネートを取り除き、メトキシポリエチレンエーテルグリコールを有するモノイソシアネート化合物を得た。

【0038】次いで同様の別フラスコに、ジエタノールアミン37部を入れ、窒素置換後空冷しながら作成例で得たメトキシポリエチレンエーテルグリコールを有するモノイソシアネート化合物250部を反応温度が70℃を越えないように徐々に滴下した。滴下終了後、約1時間70℃で攪拌しイソシアネート基が消失したことを確認し、乳化剤を得た。

【0039】別フラスコに、上記で得た乳化剤42部と「タケネートD170HN」(武田薬品工業社製、1,6ーヘキサメチレンジイソシアネートの三量体)358部を入れ、さらにN-β-(アミノエチル)-γ-アミノプロピルトリメトキンシラン12部を入れ、70℃で6時間攪拌することにより、水分散可能なポリイソシアネートを得た。イソシアネート含量は17.7%、粘度800cpsであった。

【0040】実施例及び比較例

4リットルのステンレス容器に下記配合の原料を入れ、ディスパーで30分間撹拌し、顔料分散ペーストを得た。

[0041]

```
「ノプコサントK」(サンノプコ社製、顔料分散剤)
                                             48"
                                          16"
             「アデカノールVH420」(旭電化社製、増粘剤)
             「SNデフォーマーA63」(サンノプコ社製、消泡剤)
                                             3 2 "
                                           3520"
             チタン白
                                           288"
             エタノール
                                (G) を作成した。
次に1リットルのステンレス容器に、下記に示す配合
                                [0042]
で、上記顔料ペーストや前記製造例で得た水分散型共重
合体などを攪拌しながら配合し、ベース塗料(A)~
           ベース塗料(A)
                                         280
             上記顔料分散ペースト
             製造例1で得たアクリル共重合体水分散液 (a)
                                          465.5"
             製造例2で得たアクリル共重合体水溶液(b)
                                           3 5
                                           26.8"
             テキサノール (造膜助剤)
                                            4. 9 "
            「SNデフォーマーA63」
             25%アンモニア水
             「プライマルTT-935」(ローム・アンド・ハース社製、増粘剤)
                                            0.7 "
             「スラオフS」(武田薬品社製、防腐剤)
                                          165.7"
            上水
            ベース途料(B)
                                          280
             上記顔料分散ペースト
             製造例1で得たアクリル共重合体水分散液(a)
                                          441
                                           70
             製造例2で得たアクリル共重合体水溶液(b)
                                           25.4"
             テキサノール
                                            4. 9 "
             「SNデフォーマーA63」
                                            0. 7 "
             25%アンモニア水
             「プライマルTT-935」
                                            0. 7 "
             「スラオフS」
                                          156.6"
             上水
            ベース塗料(C)
                                          280
             上記顔料分散ペースト
                                          392
             製造例1で得たアクリル共重合体水分散液(a)
             製造例2で得たアクリル共重合体水溶液(b)
                                          140
                                           22.5"
             テキサノール
                                            4. 9 "
             「SNデフォーマーA63」
                                            0. 7 "
             25%アンモニア水
                                            4. 2 "
              「プライマルTT-935」
                                            0. 7 "
              「スラオフS」
                                          138.5"
             上水
            ベース塗料(D)
             上記顔料分散ペースト
                                          280
             製造例1で得たアクリル共重合体水分散液(a)
                                          465.5 "
                                           3 5
             製造例3で得たポリエステル樹脂水溶液(c)
                                           26.8"
             テキサノール
                                            4. 9 "
              「SNデフォーマーA63」
                                            0. 7 "
             25%アンモニア水
                                            4. 2 "
             「プライマルTT-935」
                                            0. 7 "
              「スラオフS」
                                          165.7"
             上水
```

ベース塗料(E)

上記顔料分散ペースト	280	部
製造例1で得たアクリル共重合体水分散液(a)	441	. ,,
製造例3で得たポリエステル樹脂水溶液(c)	7 0	H,
テキサノール	25.	4 #
「SNデフォーマーA63」	4.	9 11,
25%アンモニア水	0.	7 "
「プライマルTT-935」	4.	2 "
「スラオフS」	0.	7 "
上水	156.	6 "
ベース塗料 (F)		
上記顔料分散ペースト	280	部
製造例1で得たアクリル共重合体水分散液(a)	392	11
製造例3で得たポリエステル樹脂水溶液(c)	1 4 0	11
テキサノール	22.	5 "
「SNデフォーマーA63」	4.	9 "
25%アンモニア水	0.	7 "
「プライマルTT-935」	4.	2 "
「スラオフS」	0.	7 "
上水	138.	5 "
ベース塗料(G)(比較用)		
上記顔料分散ペースト	280	部
製造例1で得たアクリル共重合体水分散液(a)	490	"
テキサノール	2 8	11
「SNデフォーマーA63」	4.	9 11
25%アンモニア水	0.	7 "
「プライマルTT-935」	4.	2 "
「スラオフS」	0.	7 #
上水	175	n

実施例1~6及び比較例1

100重量部に対して前記作成例で得た架橋剤を表1に示すように配合し、撹拌して水性塗料を得た。スレート板(90×300×6mm)に、「VPシーラー白」(関西ペイント社製、溶剤型シーラー)を塗布量100g/m²になるようにローラーで塗装・乾燥したものを被塗板とし、この上に前記実施例1~6及び比較例1で得た塗料を、架橋剤混合1時間、7時間及び24時間後

上記で得られたベース塗料 (A)~(G)の樹脂固形分

に、塗布量が $150g/m^2$ になるようにスプレーで2回塗装し、常温で7日間乾燥して各試験板を作成し、各種の評価を行なった。結果を表<math>1に示す。

【0043】表1における試験方法は以下のとうりである。

【0044】 塗料状態:

〇:塗装可能

×:ゲル化

塗膜表面光沢:60度鏡面反射率を測定した。

【0045】付着性: JIS K-5400 8.5. 2ゴバン目テープ法に準じて1mm×1mmのマス目を 100個作成し、その表面にテープを密着させ剝離した マス目の剥がれ程度を評価した。

[0046]

◎:剥がれの全くないもの

△:少しマス目のカドが剥がれるもの

×:マス目が1/3以上剥がれるもの

[0047]

【表1】

表1

			実 施 例				比較例		
			1	2	3	4	5	. 6	1
	ベース塗料	種類	(A)	(B)	· (C)	(D)	(E)	(F)	(G)
æ		量(固形分部)	100	100	100	100	100	100	100
台	架橋剤	種類	作成例	作成例	作成例	作成例	作成例	作成例	作成例
		量 (部)	18	19	19	1 9	2 1	2 4	18
	架構剤混合	塗料状態	0	0	0	0	0	0	0
	1時間後	塗膜表面光沢	8 2	8 3	8 2	8 3	8 3	8 4	8.3
		付着性	0	0	0	0	0	0	0
評	架構剤混合	塗料状態	0	0	×	0	0	×	0
	7時間後	塗膜表面光沢	8 1	8 2	1	8 2	8 2	•	8 2
価		付着性	0	0	1	0	0	ı	Δ
	架積剤混合	墊料状態	×	×	×	×	×	×	0
	2 4 時間後	塗膜表面光沢	-	-	-	-	1	1	70
		付着性	_	_	_	_	-	-	×